# **INSTRUCCIONES PARA EL PRIMER DIA**.-

## **Bienvenidos al Laboratorio de Físico - Química**.-

Tu trabajo de laboratorio es el corazón de tu curso de química. Todo lo que conocemos sobre átomos y moléculas es el resultado de la experimentación de laboratorio. Tienes la oportunidad desafiante de observar muchas reacciones químicas bajo condiciones controladas de laboratorio. También experimentarás de primera mano el método de investigación, que es la base de todas las ciencias experimentales. La planificación de experimentos y la realización e interpretación de observaciones se encuentran en el centro del enfoque científico para comprender las interacciones de los átomos y las moléculas. ***Este es el método científico en acción***.-

Mencionamos algunos puntos que te ayudarán a tener buen comienzo en el curso:

1. Gana confianza en ti mismo trabajando individualmente y en equipo, poniendo lo mejor de vos en cada tarea.-
2. Usa tu ingenio y sentido común. Las instrucciones de cada laboratorio en general son bastante específicas, pero dejan amplias oportunidades para el pensamiento claro, lógico, original e imaginativo. Esta actitud es un requisito previo en cualquier esfuerzo científico.-
3. No pierdas tu tiempo. Prepárate para cada experimento estudiándolo antes de venir al laboratorio (tanto la preparación previa al laboratorio como el procedimiento experimental).-
4. Anota de antemano cualquier equipo extra que necesites del pañol, y búscalo todo al mismo tiempo.-
5. Prepara tu informe de laboratorio sobre cada experimento con mucho cuidado. Si preparas tu propio formulario de informe, usa un cuaderno de tapa dura, según lo determinado por el profesor, preferiblemente uno con hojas cuadriculadas. Ten siempre preparado la parte de entrada de datos por adelantado, y ***registra los datos directamente en tu informe final a medida que los obtienes*** (los datos ingresados en trozos de papel te serán retirados). Cuando tengas que hacer cálculos de datos, mantenlos ordenados con el conjunto de datos principales, pero no desordenes la sección de cálculo con detalles aritméticos. De igual modo, piensa detenidamente y responde las preguntas importantes que están pensadas para darte una comprensión de los principios en los que se basa el procedimiento experimental, ***mientras realiza el experimento***.-
6. Los científicos aprenden mucho discutiendo entre ellos. También puedes beneficiarte de la discusión con tus compañeros de clase, ***pero no copiándote de ellos***. La piedra angular de toda ciencia descansa

primero en la ***integridad y la honestidad***. También te beneficiarás consultando frecuentemente el libro de texto mientras trabajas en el laboratorio (¡los libros son, generalmente, fuentes de información más confiables y completas que tus compañeros de clases!).-

7. Para datos tabulados sobre las propiedades de las sustancias, consulta alguno de los siguientes manuales: ***Handbook of Chemistry and Physics*** o el ***Lange's Handbook of Chemistry***.-

**Reglas de Seguridad**.-

Familiarízate con las reglas de seguridad dadas en el capítulo **INTRODUCCION**. El cumplimiento de estas reglas, modificada o enriquecidas por el profesor, es esencial por el bien de tu seguridad y la de los demás en el laboratorio.-

El profesor te indicará la ubicación y te mostrará el uso adecuado de los extintores de incendios, las mantas contra incendios, la fuente de lavado de ojos, la ducha de seguridad y el gabinete de primeros auxilios y de suministros. También te dirá donde obtener las anteojos de seguridad o gafas protectoras.-

**Buenas Prácticas de Laboratorio**.-

Familiarízate con las normas del laboratorio, descritas en el capítulo **INTRODUCCIÓN**. Es esencial que siempre sigas cuidadosamente estas normas.-

**Equipamiento y Procedimientos Básicos del Laboratorio**.-

Verifica el equipo del laboratorio asignado para la experiencia, siguiendo los procedimientos indicados en el capítulo **INTRODUCCIÓN**, o según lo indique el profesor. Además, lee los procedimientos para el manejo de productos químicos, el uso de los quemadores, mecheros u hornallas eléctricas de laboratorio, el uso de los equipos de medida, la manipulación de los tubos de vidrio, el cuidado de la cristalería de laboratorio y las mediciones volumétricas de líquidos.-

**Experimentación a Escala Reducida (Microescala)**.-

Diversos experimentos que involucran valoraciones proporcionan un conjunto doble de instrucciones, ya sea para valoraciones a microescala, utilizando buretas de 1 ml, o para el uso de buretas convencionales de 50 ml. En la **INTRODUCCION** puedes encontrar la descripción de distintos

dispositivos utilizados, como las micro-buretas, así como las instrucciones para la utilización de las buretas convencionales.

**INTRODUCCIÓN**.-

El laboratorio de química puede ser un lugar de alegría, descubrimiento y aprendizaje. También puede ser un lugar de frustración y enojo.-

Aunque se han hecho todos los esfuerzos necesarios para eliminar el uso de sustancias explosivas, muy tóxicas o cancerígenas en estos experimentos, existe un peligro inevitable involucrado en el uso de diversos productos químicos y de aparatos de vidrio. En experimentos donde existe un peligro potencial, encontrarás una sección de ***Precauciones de Seguridad*** al inicio del procedimiento experimental. Lee con mucho cuidado esta sección antes de continuar con el experimento.-

Tu piel y las delicadas membranas de tus ojos, boca y pulmones están hechas principalmente de proteínas. Espero que no tengas que experimentar de primera mano el efecto adverso que tienen incluso las soluciones de 6 M (un tipo de concentración débil), por no mencionar las soluciones concentradas de ácidos y bases sobre las proteínas. Los ojos son especialmente sensibles a los ácidos, a las bases y los agentes oxidantes, y deben estar protegidos en todo momento. Además, la llama encendida de un mechero Bunsen presenta un peligro constante para la ropa y el cabello.-

Es posible que experimentes una gran frustración si no te preparas para el laboratorio: dejas de registrar datos importantes o intentas redactar frenéticamente los informes una hora antes de su vencimiento. Puedes minimizar estos problemas leyendo cuidadosamente los experimentos de antemano, anotando los datos críticos que se deben registrar y considerando cuidadosamente los datos mientras los recoges, para evitar errores descuidados.-

Te recomiendo encarecidamente que aprendas y cumplas en todo momento las siguientes normas y reglamentos de laboratorio. Al hacerlo, minimizarás los posibles peligros y frustraciones del trabajo de laboratorio y maximizarás la alegría.-

**Reglas de Seguridad**.-

Estas reglas están diseñadas para garantizar que todo el trabajo realizado en el laboratorio sea seguro para ti y tus compañeros. Además de las reglas enumeradas aquí, la escuela tiene un Acuerdo Institucional que deberás cumplir a lo largo del año.-

Tu profesor también debe indicarte la ubicación de los equipos de seguridad y mostrarte el correcto uso de ellos: extintores de incendios, mantas contra incendios, duchas de seguridad, fuentes para lavarse los ojos y equipos para el manejo de derrames.-

Finalmente, debes saber dónde se guardan los suministros de primeros auxilios y dónde se encuentra el teléfono para las emergencias que requieren asistencia médica, de bomberos o policial. Los números de teléfono de estos servicios estarán publicados en un lugar bien visible.-

1. La regla más importante es que ***las gafas o anteojos de seguridad con paneles laterales*** deben llevarse puestas en el laboratorio ***en todo momento***. Las gafas proporcionan la mayor seguridad. Los anteojos recetados comunes a veces solo cubren parte de los ojos y carecen de paneles laterales que protejan al usuario de las salpicaduras de sustancias químicas que podrían entrar en los ojos por el costado. Por esta razón, los ojos deben estar cubiertos por gafas de seguridad. No deben utilizarse lentes de contacto en el laboratorio, incluso bajo las gafas de seguridad. Por sí solos no ofrecen protección contra salpicaduras y se consideran inseguros incluso bajo gafas de seguridad debido a que varios humos y/o gases (por ejemplo, el gas cloruro de hidrógeno) pueden acumularse debajo de la lente y causar lesiones graves. Si no tiene un par de anteojos o gafas de seguridad, consigue uno en el pañol.-

   ***Si alguna sustancia química entra en contacto con los ojos, los primeros auxilios más efectivos son el enjuague inmediato de los ojos con grandes cantidades de agua de la canilla***. Rara vez estarás a más de unos segundos de una canilla. Continúa enjuagando durante al menos cinco minutos y luego consulta a un médico de inmediato. Si tu laboratorio está equipado con grifos para los ojos, familiarízate con su uso y su ubicación.-
2. El fuego es un peligro que está presente constantemente. Aprende dónde está el extintor de incendios más cercano y cómo usarlo. Tu laboratorio también debe estar equipado con una manta ignífuga y una ducha de seguridad. ***Si tu cabello o tu ropa se incendia, sofoca el fuego con una manta o mójate en la ducha***.-

   Como algunos tejidos sintéticos (poliéster) se derriten y se pegan a la piel cuando se queman, **es obligatorio** que uses siempre el guardapolvo de algodón por encima de la ropa. Los jean de algodón brindan mejor protección a las piernas contra derrames menores.-

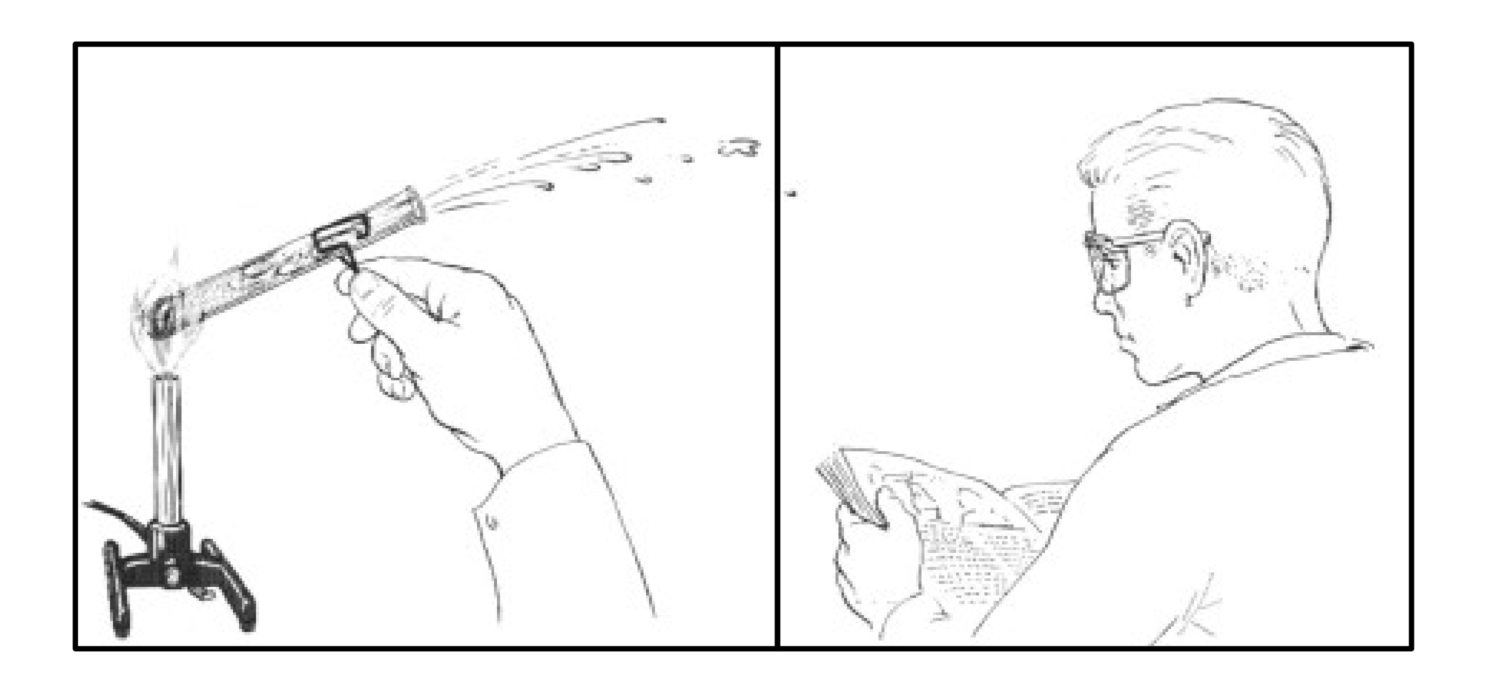
3. Las quemaduras menores, los cortes y los arañazos son lesiones bastante comunes. Sin embargo, debes informar cada lesión a tu profesor, quien determinará qué primeros auxilios serán los apropiados. Si vos u otro estudiante deben recibir primeros auxilios médicos, asegúrate de que alguien acompañe a la persona lesionada, de acuerdo a lo que indique el profesor en el momento.-
4. No se permiten los pies descalzos en el laboratorio de química. Los vidrios rotos y los químicos derramados, como por ejemplo, los ácidos concentrados, son muy comunes en los pisos de los laboratorios de química. Además, recomendamos que las piernas desnudas, el torso y los brazos se cubran con ropa vieja, y por encima, se utilice el delantal. ***EL USO DEL DELANTAL SIEMPRE ES OBLIGATORIO***. Utiliza zapatos o zapatillas que cubran tus pies.-
5. Los vapores de muchas soluciones son bastante potentes y pueden irritar o dañar las membranas mucosas de nariz y la garganta. Usa la técnica que se muestra en la **Figura 1-1** cuando necesites percibir el olor de un gas o un vapor.-
6. En muchos experimentos, es necesario calentar soluciones en tubos de ensayo. Nunca apliques calor en el fondo del tubo; siempre aplícalo en el punto donde la solución está más alta dentro del tubo, llevándolo hacia abajo si fuera necesario. Debes tener mucho cuidado con la dirección en la que posicionas un tubo: una burbuja de vapor, formada repentinamente, puede expulsar el contenido violentamente fuera del tubo de ensayo (a esto se lo llama ***sacudida***, ***bumping*** en inglés). De hecho, el tubo puede convertirse en un cañón en miniatura (observa la **Figura 1-2**).-
7. Evita probar cualquier cosa del laboratorio (las sustancias venenosas no siempre están etiquetadas en el laboratorio). Está ***PROHIBIDO*** comer en el laboratorio; no utilices elementos de vidrio del laboratorio para comer o tomar bebidas.-
8. No realices experimentos no autorizados.-
9. Nunca trabajes solo/a en el laboratorio.-
10. Ten cuidado con los tubos de vidrio calientes: ***verifica*** bien la temperatura antes de manipularlo con seguridad.-
11. Para reacciones que involucren gases venenosos, ***usa la campana de extracción***, que proporciona succión para eliminar dichos gases o vapores.-
12. Neutraliza de la siguiente manera los elementos ácidos o básicos derramados:
    a) **Ácidos en la ropa**: utiliza una solución diluida de bicarbonato de sodio;

b) **Bases en la ropa**: utiliza soluciones de ácido bórico con una concentración de ***50 g/l***;
c) **Ácidos o Bases en el escritorio**: utiliza bicarbonato de sodio sólido para cualquiera de los dos, y a continuación lava con agua.-

13. Para insertar tubos de vidrio (incluidos termómetros, embudos de tallo largo, tubos de seguridad, etc.) a través de un tapón de goma, primero lubrica el tubo y el tapón con agua o glicerina. Sujeta el tubo con un paño cerca del extremo que se va a embutir y luego introdúcelo con un movimiento de torsión (si giras un embudo de tallo largo por el extremo del embudo, se romperá fácilmente. Mira la **Figura 1-3**).-



**FIGURA 1-1.-**
**Nunca deben inhalarse u olerse las sustancias química, a menos que tu profesor te lo indique. Si este fuera el caso, debes tener mucho cuidado al oler una sustancia, utilizando tu mano para que el vapor gire suavemente hacia su rostro para percibirlo. Siempre que sea posible, evita respirar humos de cualquier tipo.-**



**NUNCA dirijas un tubo de ensayo que se está calentado a tu compañero; puede explotar y expulsar su contenido. Las GAFAS DE SEGURIDAD que se usan regularmente en el laboratorio protegen tu vista.-**

**FIGURA 1-2. Dos importantes medidas de seguridad.-**

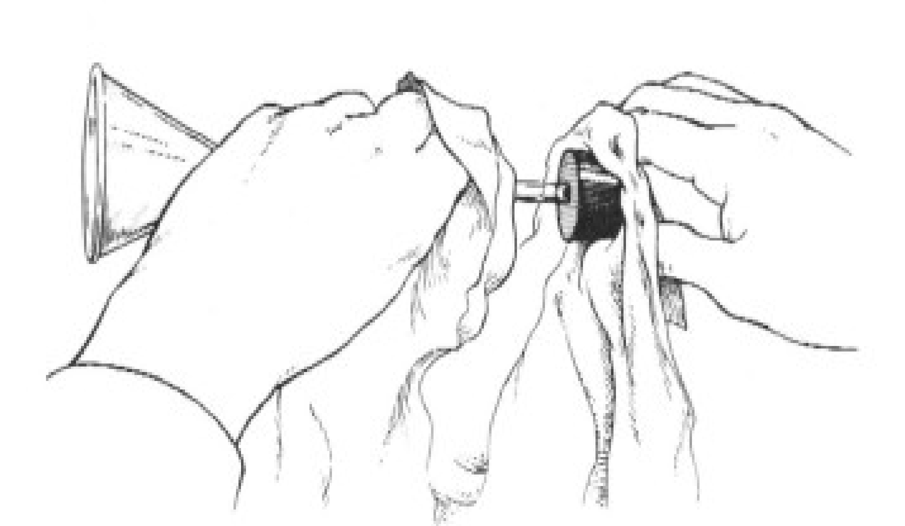


**FIGURA 1-3.- Procedimiento para insertar un tubo de vidrio en un tapón. NUNCA fuerces un tubo de seguridad o un embudo dentro de un tapón sujetándolo por el extremo grande. Utiliza la parte delgada y gírala mientras empujas. SIEMPRE envuelve tus manos en una toalla cuando coloques un tubo de vidrio en un tapón. Humedece ambos con agua o glicerina e insértalo con un movimiento giratorio.-**

## <u>Buenas Prácticas de Laboratorio (Que hacer y que NO hacer)</u>.-

Estas normas están diseñadas para guiarte en el ***desarrollo de técnicas de laboratorio eficientes***, y en hacer que tu laboratorio sea un lugar agradable para trabajar.-

1. **ANTES** de ingresar al laboratorio debes leer cada experimento en forma completa. Si no lo haces, perderás una gran cantidad de tiempo (del tuyo y el de tu profesor), puedes exponerte a ti mismo y a los demás a peligros innecesarios, y probablemente no obtendrás datos confiables y útiles (también fallarás y reprobarás sistemáticamente en la realización de los cuestionarios previos de laboratorio que proponga tu profesor).-
2. Desecha los sólidos en los recipientes de residuos. ***Nunca arrojes fósforos, tornasol o sólidos insolubles en la pileta***. Elimina los líquidos en el desagüe con mucha agua; los ácidos y las sales de cobre, plata y mercurio son corrosivos para las tuberías de plomo. Se proporcionaran contenedores etiquetados para los desechos peligrosos sólidos y líquidos.-
3. Deja las botellas de reactivo en los estantes laterales. Trae los tubos de ensayo o vasos de precipitados a la ***mesa de trabajo*** para poner los productos químicos.-
4. Lee las etiquetas ***dos veces*** antes de ocupar algo de una botella.-
5. Evita utilizar cantidades excesivas de reactivo: de **1** a **3 ml** suelen ser suficiente para las reacciones del tubo de ensayo.-

6. ***Nunca*** devuelvas productos químicos no utilizados a la botella de almacenamiento. Puedes cometer un error que sufrirán otros estudiantes en sus experimentos.-
7. ***No metas*** las pipetas o cuentagotas en las botellas de reactivos. Evita la contaminación de la solución madre vertiendo este producto en los recipientes para poder utilizarlos.-
8. No apoyes el tapón de una botella en ningún lado. Se podrían acumular impurezas y, de esta forma, contaminar la solución cuando se tapa nuevamente (Sostenga el tapón como se ilustra más adelante en la **Figura 1-8**).-
9. **No calientes objetos de vidrio grueso**, como los frascos volumétricos, cilindros graduados o botellas; se rompen fácilmente y el calentamiento distorsiona el vidrio, de modo que las calibraciones ya no son válidas (vea la **Figura 1-4**). Los tubos de ensayo se pueden romper si se calientan por encima del nivel del líquido y el líquido se salpica sobre el vidrio caliente. Los platos de evaporación y los crisoles pueden calentarse al rojo vivo. Evita calentar cualquier aparato demasiado rápido: al principio del proceso de calentamiento, aplica la llama de forma intermitente.-

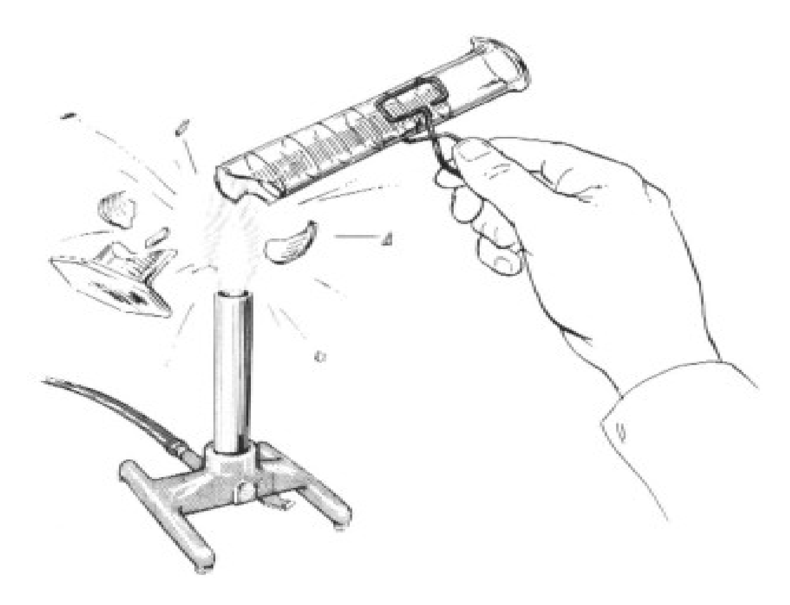


**FIGURA 1-4.-**
**Si se aplica calor al tipo equivocado de aparato de laboratorio, el resultado puede ser desastroso. NUNCA caliente un cilindro graduado o una botella.-**

## EQUIPOS Y PROCEDIMIENTOS BÁSICOS DE LABORATORIO.-

### El Armario del Laboratorio.-

Verifica el equipo que te han asignado para las diversas experiencias. Consulta la **Figura 1-5** para la identificación de cualquier elemento

desconocido. Asegúrate de que todos los artículos estén presentes y examínalos cuidadosamente para asegurarte de que se encuentren en una condición aceptable. Tu eres responsable de este equipo y deberás reponerlo por cualquier rotura o faltante al finalizar el curso.-

**<u>El Manejo de Productos Químicos</u>**.-

Algunas sugerencias son repetitivas: sé considerado con los demás, llevando siempre tu contenedor al estante de reactivos para trasvasar un producto químico. No lleves la botella a tu escritorio. Mantén la pureza de los productos químicos en las botellas de reactivos. No extraigas más de lo que necesitas, y nunca devuelvas ningún producto químico a la botella. Nunca contamines el tapón acostándolo; sostenlo con tus dedos. No insertes tu cuentagotas en un frasco de reactivo o el cuentagotas de una botella de reactivo en tu propio tubo de ensayo o de soluciones (**Figura 1-6**). Si fuera necesario, limpia el polvo acumulado en el exterior de las botellas de reactivos, de cloruro de amonio o de otro contaminante, enjuaga el cuello y el tapón con agua destilada y sécalo antes de quitar el tapón.-

Algunas de estas simples sugerencias sobre el manejo apropiado de productos químicos sólidos y líquidos se ilustran en las **Figuras 1-7** y **1-8**.-

La observación cuidadosa de estas sugerencias evitará la contaminación de las botellas en existencia. Si derramas algún químico, límpialo completamente, de una vez. Un laboratorio sucio impide que se haga un buen trabajo.-

**<u>Mecheros de Laboratorio</u>**.-

El ***mechero Bunsen***, utilizado para la mayoría de los procesos de calentamiento del laboratorio, produce una llama en forma de cono, como se ilustra en la **Figura 1-9**. Los vasos de precipitados, los crisoles y otros objetos que se van a calentar se colocan justo encima de la parte más caliente de la llama, que de este modo se expande sobre ellos. Si se coloca en el cono interior frío de la llama, que consiste en gas no quemado, los objetos no se calientan con eficacia.-

El moderno ***mechero Fischer*** está diseñado para producir una llama concentrada y muy caliente (**Figura 1-10**). Para la temperatura máxima, mantén el gas a plena presión y, con los orificios de ventilación abiertos, ajusta la válvula de aguja en la base (o el grifo de aire si se usa el tipo de aire comprimido) para obtener una llama azul corta, con muchos conos cortos, de alrededor de 0.5 cm de alto. El objeto a calentar se coloca aproximadamente a 1 cm por encima de la malla.-

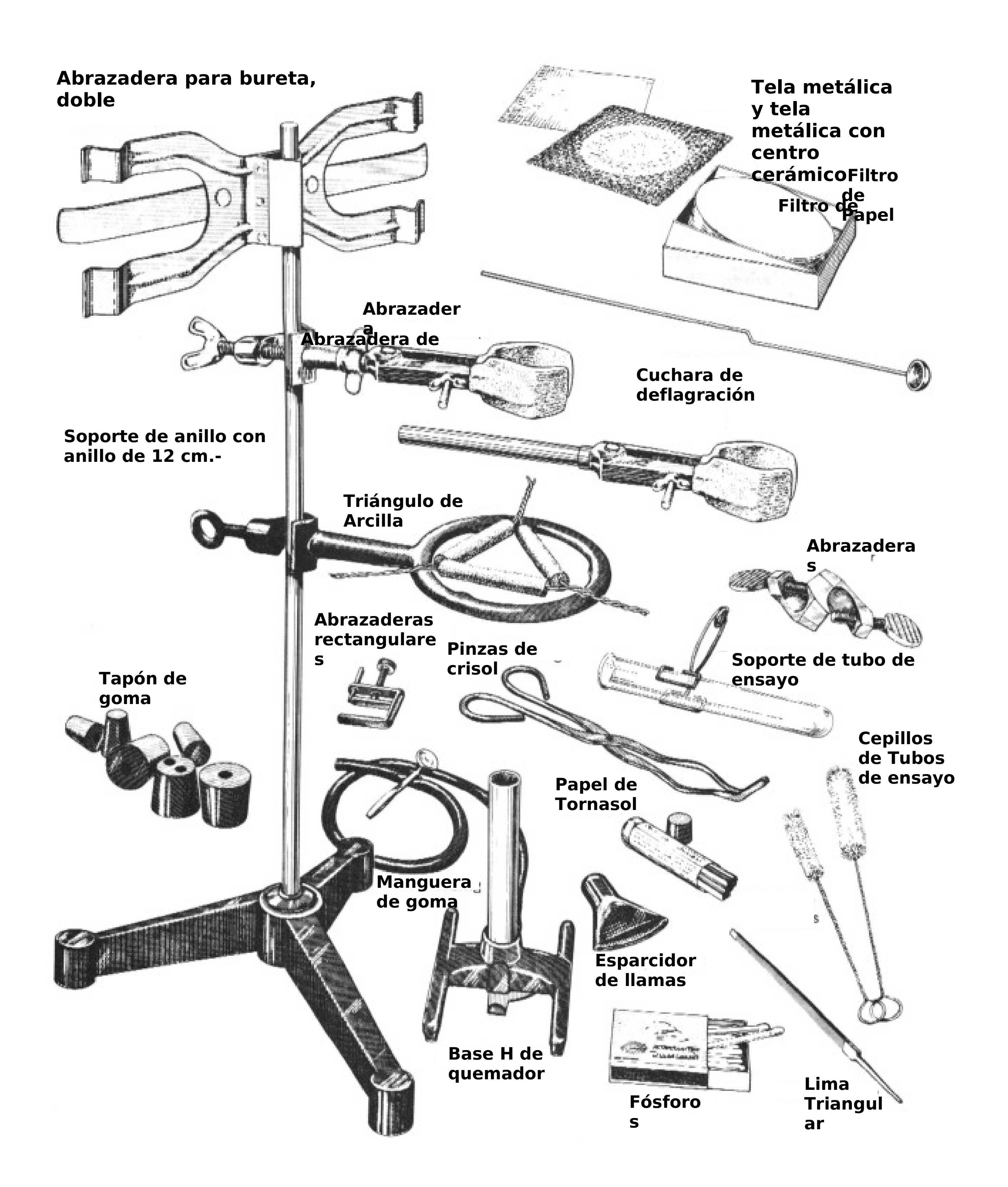



**FIGURA1-5: Equipo común de laboratorio [Fuente: J. W. Hagen, Empirical Chemistry, Freeman and Co., San Francisco, ® 1972].-**

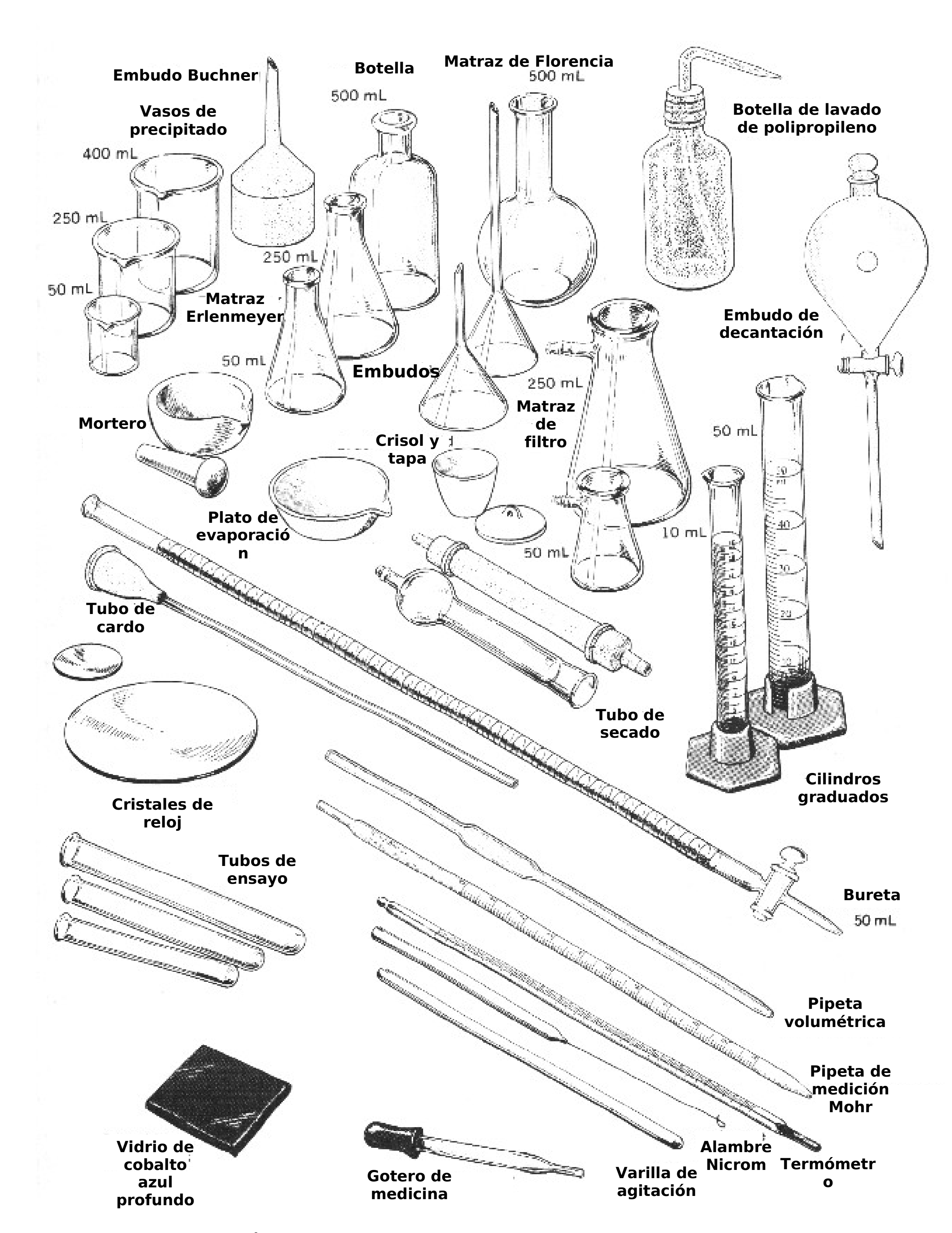



**FIGURA 1-5 continuación.-**




**FIGURA 1-6.-**
**El uso apropiado de un gotero, para transferir sustancias líquidas.-**

**Operaciones con Tubos de Vidrio**.-

El vidrio no es un verdadero sólido cristalino y, por lo tanto, no tiene un punto de fusión bien definido. De esta forma, se asemeja más a una solución sólida o un líquido extremadamente viscoso que se ablanda gradualmente cuando se calienta. Es esta propiedad la que hace posible trabajar con vidrio.-

***El vidrio de soda caliza***, que se fabrica calentando una mezcla de soda (**$Na_2CO_3$**), piedra caliza (**$CaCO_3$**) y sílice (**$SiO_2$**), se ablanda fácilmente a aproximadamente entre los 300°C y los 400°C en la llama del mechero. La forma de tubo de este vidrio se dobla fácilmente, pero debido a su alto ***coeficiente de dilatación***, debe calentarse y enfriarse gradualmente para evitar tensiones o roturas innecesarias. A menudo es sabio realizar el ***recocido***, mediante el recalentamiento suave y el enfriamiento uniforme. Este vidrio no debe colocarse sobre una superficie fría mientras está caliente, ya que esto introduce tensiones y causa roturas en el vidrio.-

El ***vidrio de borosilicato*** (también conocido como ***Pyrex*** o ***Kimax***) no se ablanda demasiado por debajo de los 700°C a 800°C y debe utilizarse con un soplete o una llama mezcla de oxígeno y de gas natural. Debido a que tiene un bajo ***coeficiente de dilatación***, los objetos fabricados con este material, pueden soportar cambios bruscos de temperatura.-

La **Figura 1-11** muestra la forma correcta de cortar tubos de vidrio y pulir con fuego los extremos. El pulido al fuego suaviza los bordes afilados para

que el tubo de vidrio se pueda insertar fácilmente en un tapón de goma sin cortarse los dedos. La **Figura 1-12** muestra la forma de doblar un tubo vidrio o de hacer una punta estrecha o afilada en un tubo de vidrio.-



**PRIMERO: Gire e incline la botella hasta que algo del contenido esté dentro de la tapa de plástico.-**

**SEGUNDO: Retire con cuidado la tapa para que parte del contenido permanezca en ella.-**

**TERCERO: Toque la tapa con un lápiz hasta que caiga la cantidad deseada.-**

**Primer Método**

**Segundo Método**



**Saca un poco del material con la espátula proporcionada.-**



**Toque la espátula hasta que caiga la cantidad deseada.-**

**Tercer Método**



**Gire e incline el recipiente hasta que caiga la cantidad deseada**

**FIGURA 1-7: métodos para transferir polvos y cristales.-**

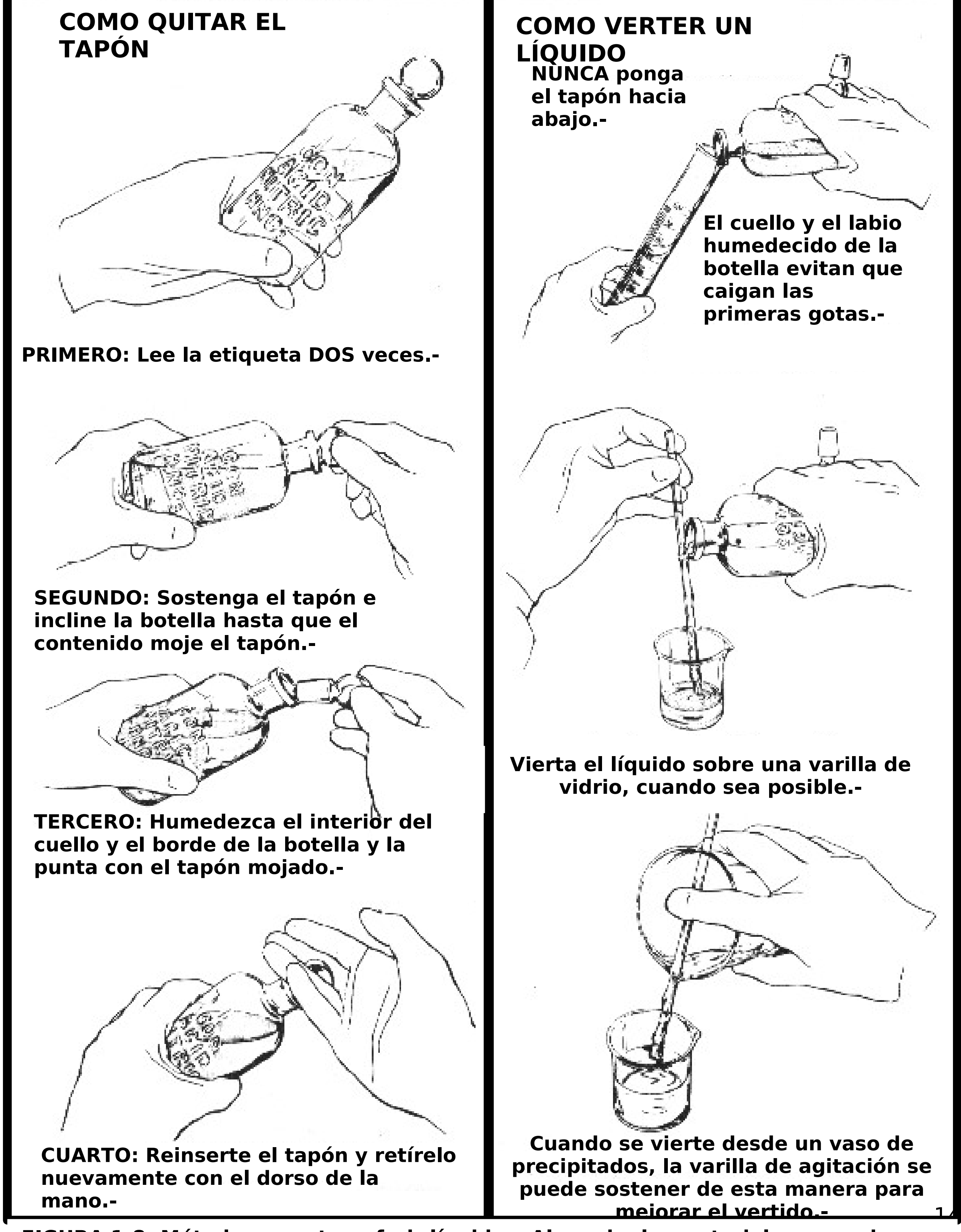



**FIGURA 1-8: Métodos para transferir líquidos. Al manipular materiales corrosivos, se deben usar guantes de látex para proteger la piel.-**

**Región de oxidación (violeta pálido)**

**Región de reducción (violeta pálido)**

**Parte más caliente de la llama**

**Ajuste del ingreso de aire.-**

**Ajuste para una llama uniforme no luminosa.-**

**Llama amarilla**

**Esto se pone muy caliente**

**Si el quemador se enciende en la base, apague el gas, cierre ligeramente la ventilación y vuelva a encender**

**Violeta**

**La llama se eleva del quemador**

**Si la llama es así, disminuye el gas**

**Punta amarilla**

**Violeta**

**Azul opaco**

**Si la llama es así, abra el regulador de aire**

**Utilice siempre un esparcidor de llama para doblar tubos de vidrio**

**FIGURA 1-9.-**
**Instrucciones para operar un mechero de Bunsen.-**

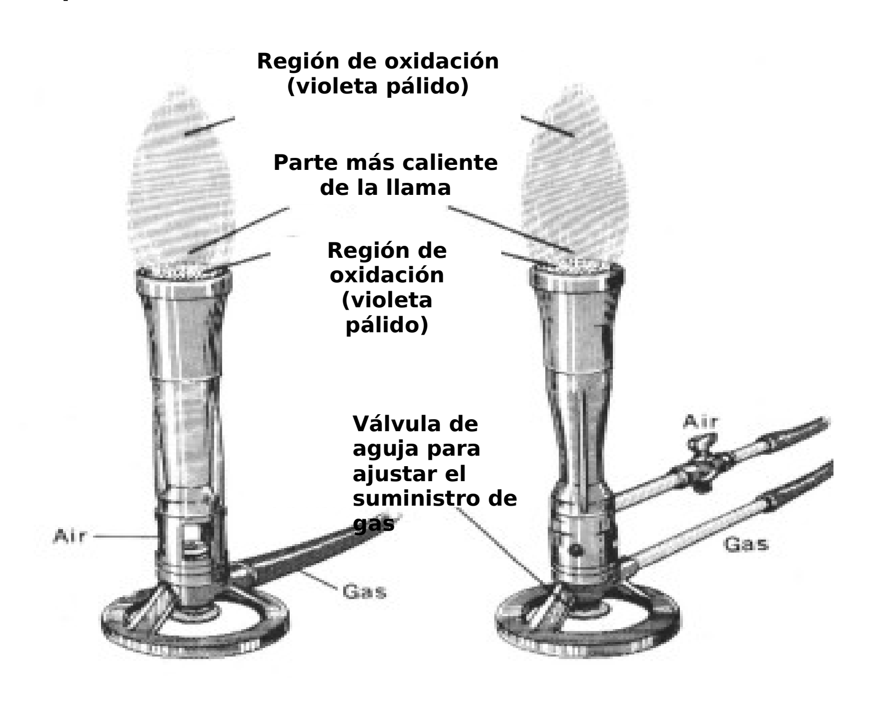


**FIGURA 1-10. Mechero de Fischer.-**

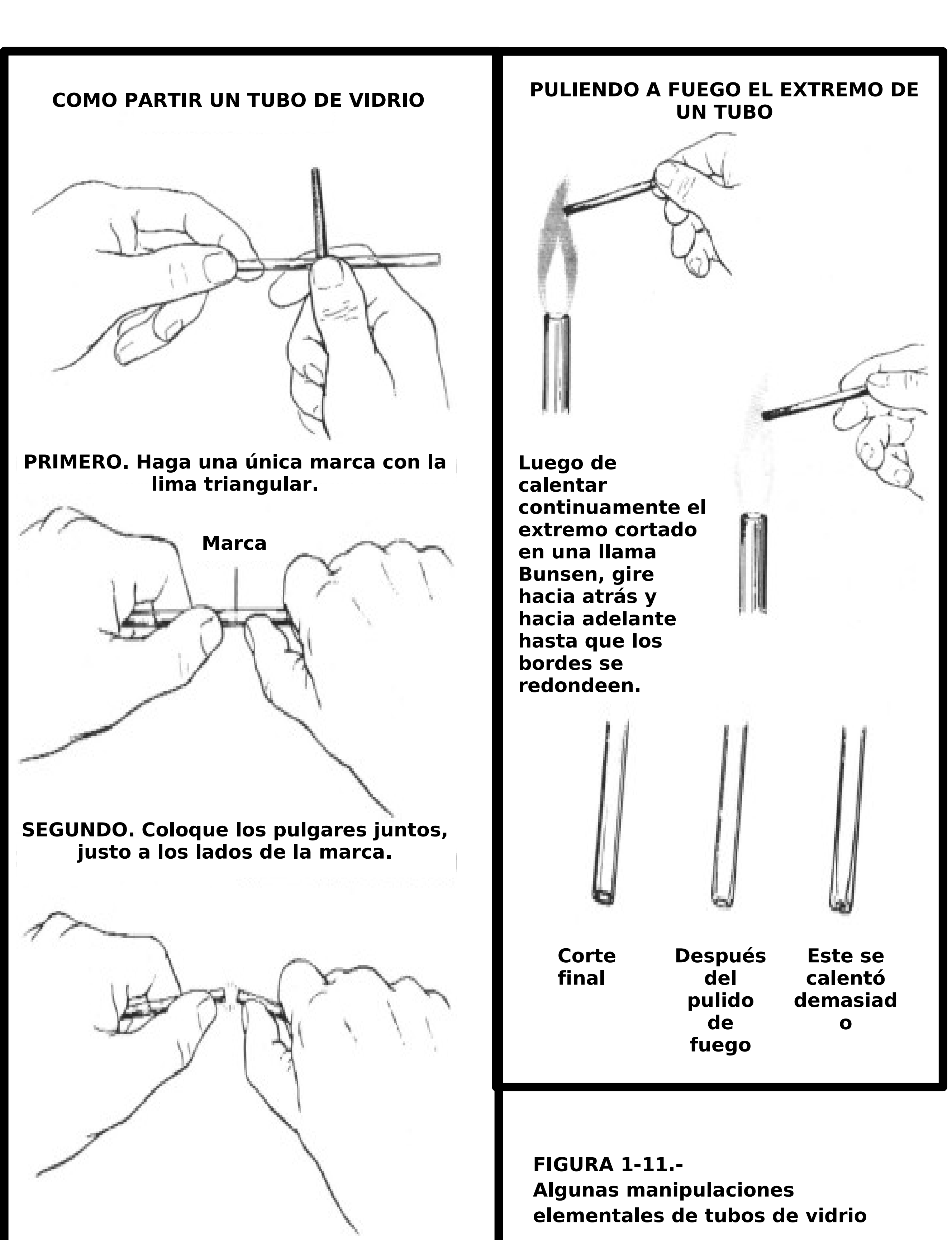



**FIGURA 1-11.-**
**Algunas manipulaciones elementales de tubos de vidrio**



**Esmerilado de un borde irregular con una malla metálica.**



**Para pulir con fuego el extremo de un tubo, caliéntelo y luego inserte una lima y gire el tubo.**

**FIGURA 1-11.-**
**Algunas manipulaciones elementales de tubos de vidrios (Continuación).-**

## El Cuidado de la Cristalería del Laboratorio.-

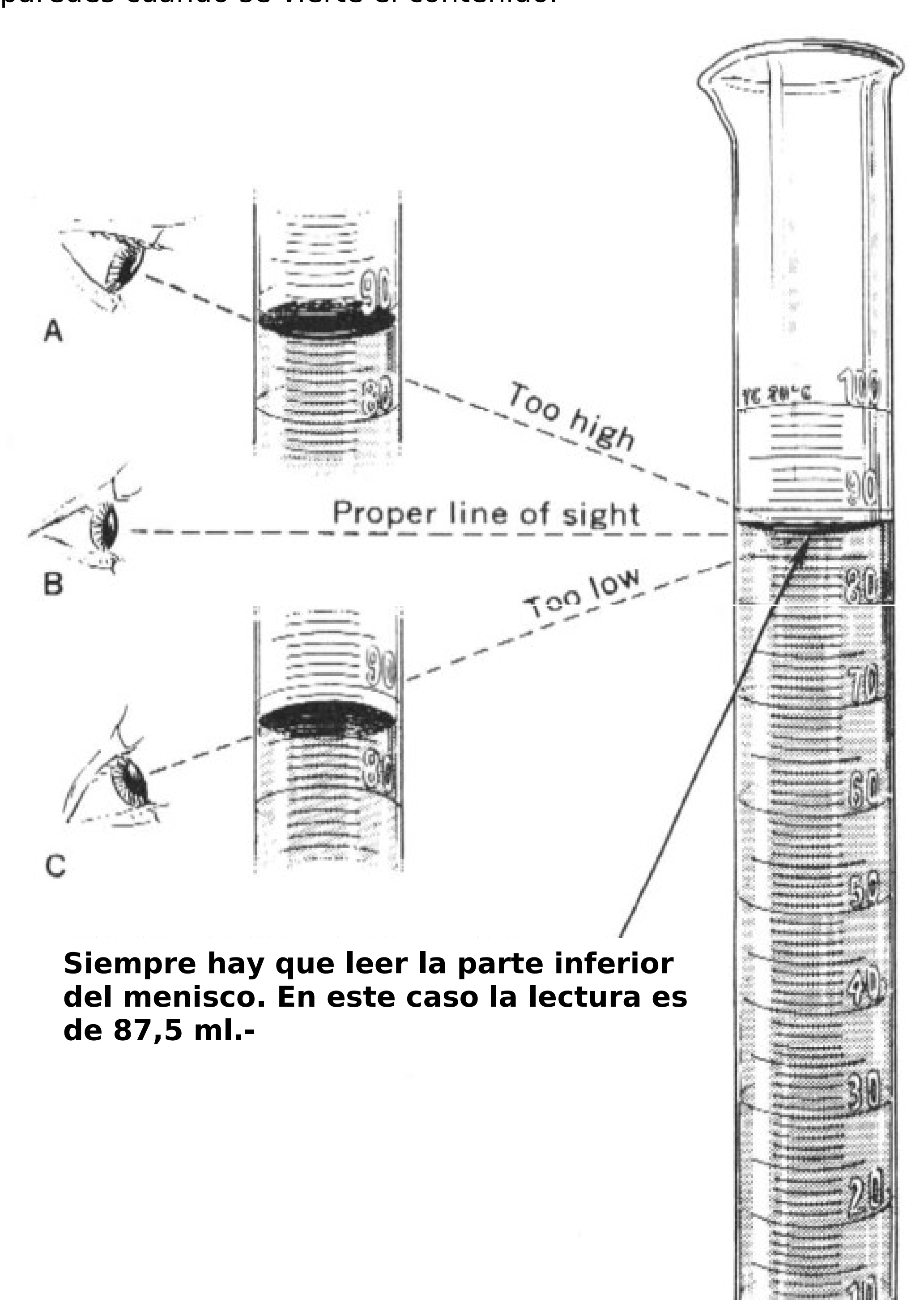
Examina todos los objetos de vidrio en busca de grietas y astillas. Los frascos o vasos con grietas pueden romperse cuando se calientan y causar lesiones. Las astillas pequeñas en el material de vidrio de borosilicato a veces se pueden eliminar puliendo con fuego; de lo contrario, se debe desechar el material de vidrio con imperfecciones, porque es fácil cortarse con los bordes de vidrios afilados.-

El procedimiento recomendado para limpiar los utensilios de vidrio es lavar el objeto cuidadosamente con un pincel con agua caliente y detergente, luego enjuagar bien con agua del grifo y, finalmente, enjuagar una vez más con una pequeña cantidad de agua destilada o agua desionizada. Luego deje que el material de vidrio se seque durante la noche en su casillero. Si debe usar una pieza de vidrio mientras todavía está mojada, enjuague con la solución que se utilizará.-

A veces se usa una solución de limpieza (una solución de $\mathbf{CrO_3}$, trióxido de cromo, o $\mathbf{K_2Cr_2O_7}$, dicromato de potasio, en ácido sulfúrico concentrado). Tales soluciones deben emplearse en el laboratorio de química general ***solo bajo la supervisión directa del instructor***, ya que bajo ciertas condiciones el uso de ácidos concentrados puede producir gases nocivos, poniéndote en peligro y poniendo en peligro a otras personas cercanas.-

## Mediciones Volumétricas de Líquidos.-

Las mediciones volumétricas de líquidos se realizan con ***cilindros graduados***, ***buretas*** o ***pipetas de transferencia***. El ***cilindro graduado*** (**Figura 1-13**), en general, se usa para medir volúmenes aproximados de líquidos. Las soluciones acuosas humedecen las paredes del vidrio, formando un menisco cóncavo; la parte inferior del menisco se usa para indicar el volumen de líquido. Para evitar el ***error de paralaje*** (causado por el cambio de la posición de observación), su ojo siempre debe estar al nivel del menisco cuando realice una lectura. El volumen se estima con un error de ***una décima parte de la división más pequeña***. Los cilindros graduados pueden calibrarse para contener (**TC**) o para entregar (**TD**) líquidos. Si está calibrado para entregar líquidos, el cilindro realmente contiene un poco más que el volumen leído, compensando así la película delgada de líquido que queda en las paredes cuando se vierte el contenido.-




**Siempre hay que leer la parte inferior del menisco. En este caso la lectura es de 87,5 ml.-**

**FIGURA 1-13:**
**Método apropiado para leer un menisco, con el fin de evitar el error de paralaje.-**





La ***bureta*** (**Figura 1-14**) se utiliza para un trabajo volumétrico más preciso y para realizar estimaciones. Si la bureta está limpia, la solución dejará una película intacta cuando se drene; si las gotas de solución se adhieren al interior de la bureta, deberás limpiarla con un cepillo, agua caliente y detergente hasta que se drene por completo (consulte la **Figura 1-15**). Es importante que todo quede absolutamente limpio, porque el volumen de una bureta de ***25 o 50 ml*** normalmente se puede estimar con una aproximación de ***0,02 ml*** y el error causado por una sola gota grande que se adhiere al interior de una bureta provoca un error de aproximadamente ***0,05 ml***. La presencia de varias gotas obviamente daría como resultado una medición aún más deficiente del volumen entregado.-

Al llenar una bureta recién lavada con solución, agregue una porción de ***5 a 10 ml*** de la solución, asegurándose de que la llave de paso esté cerrada, tome y gire la bureta para que la solución enjuague completamente la pared de la bureta. Repita el procedimiento con al menos dos porciones más de solución frescas; después llene la bureta por encima de la marca cero y sujételo en un soporte de bureta. A continuación abra la llave de paso de par en par para eliminar cualquier burbuja de aire entre la llave de paso y la punta de la bureta. Por último, drene la bureta por debajo de la marca cero y tome la lectura inicial, teniendo cuidado de evitar el error de paralaje. La división más pequeña en una bureta de ***50 ml*** es ordinariamente de ***0,1 ml***: calcule el volumen al quinto más cercano de la división más pequeña, o la más cercana a ***0,02 ml***.-

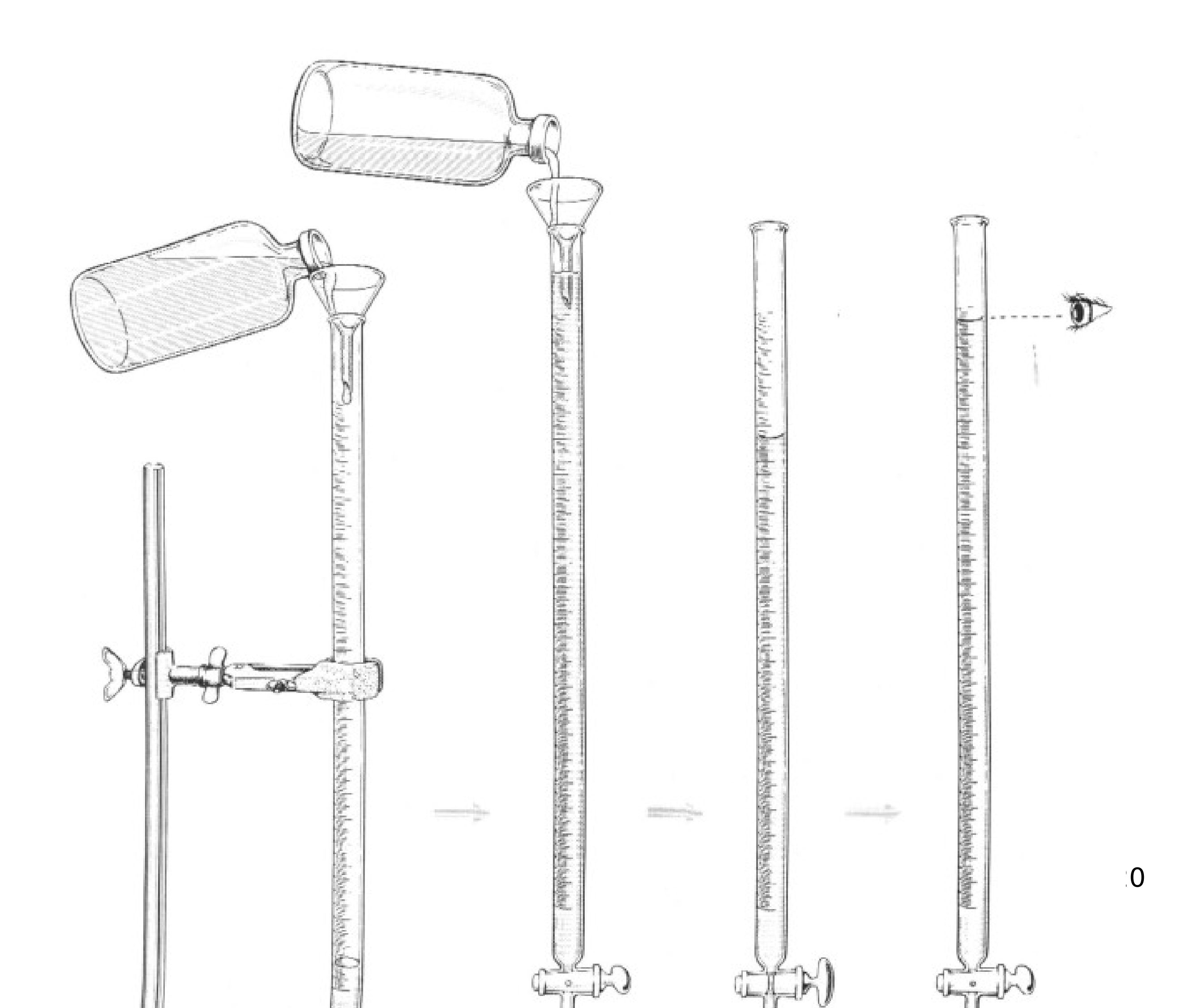
Las buretas pueden tener llaves de paso de vidrio, que deben lubricarse periódicamente como se muestra en la **Figura 1-16A**. Las llaves de paso de teflón (**Figura 1-16B**) normalmente no requieren lubricación, pero es posible que tengan que limpiarse si están obstruidas o ser ajustadas si la tuerca de tensión está demasiado apretada o demasiada suelta. Una punta de vidrio alargada, que está conectada a la bureta por un tubo corto de goma que

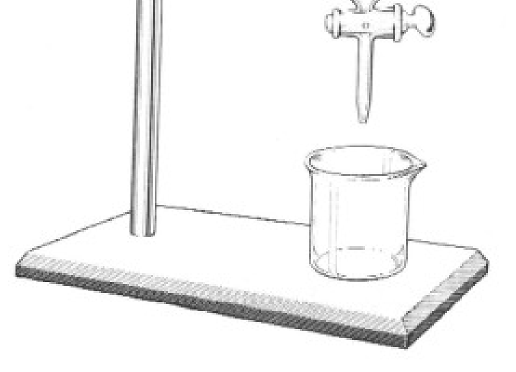
contiene una perla de vidrio redonda, constituye una llave de paso simple, pero aun efectiva, que se muestra en la **Figura 1.16C**.-

La bureta está calibrada para entregar líquidos (**TD**) y es capaz de una precisión de aproximadamente ***±0.02 ml*** cuando se usa con cuidado. La punta debe ser lo suficientemente pequeña para que el tiempo de entrega no sea inferior a 90 s para una bureta de 50 ml. Esto permite un tiempo adecuado para el drenaje, a fin de que pueda obtener una lectura adecuada. Si el tiempo de entrega de su bureta es más rápido, espere unos segundos antes de tomar una lectura, para permitir que la bureta se drene.-

La **Figura 1-17** ilustra la técnica recomendada para la manipulación de una llave de paso de bureta. Puede agregar la solución desde la bureta con bastante rapidez hasta que esté cerca del punto final, pero luego debe reducir el flujo hasta que caigan gotas individuales en el matraz. A medida que agrega las últimas gotas lentamente, agite el matraz para obtener una mezcla completa.-

Las pipetas de transferencia están diseñadas para entregar un solo volumen fijo de líquido. La marca de graduación se encuentra en la parte estrecha de la pipeta para garantizar la precisión. Vienen en tamaños que van desde menos de ***1 ml*** a ***100 ml***. Están calibrados para entregar (**TD**) el volumen especificado si se manejan de la manera prescrita.-









Llene la bureta por encima de la marca cero con la solución.

Abra la llave de paso por unos segundos para eliminar todo el aire de la punta.

Vuelva a llenar justo debajo de la marca de 0.00 (en algún lugar entre 0 - 1 ml). Tome la lectura inicial con el nivel de los ojos en el menisco. No intente configurar la lectura inicial en 0.00 o 1.00 o cualquier otra lectura específica.

Usando un embudo pequeño, enjuague una bureta limpia con algunos mililitros de la solución. Permita que la bureta se drene.

**FIGURA 1 – 14: El uso de la bureta.-**



El agua se extiende suavemente sobre el vidrio LIMPIO.

Pero se forman gotas en el vidrio SUCIO.

**FIGURA 1- 15: Cristalería limpia y sucia.-**



Fina banda de grasa

Agujero a través del enchufe

Grasa

A



Stopcock
B
O-Ring
Washer
Nut

Eliminar las burbujas de aire de la punta de esta madera.

Ajuste el flujo de líquido sosteniendo con el pulgar y dos dedos alrededor de la llave de paso, haciendo una ligera presión hacia adentro sobre el tapón de

C

Retire la gota adherida

Figura 1 - 16

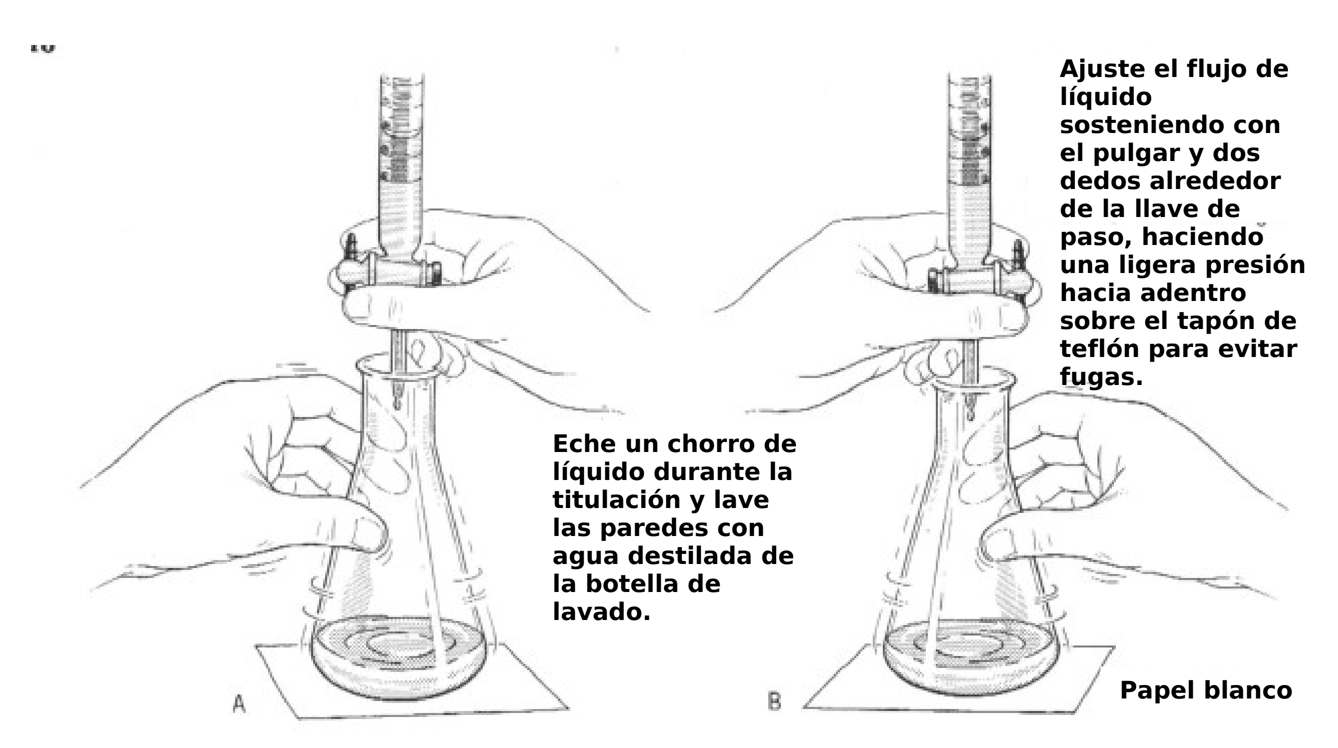



**FIGURA 1 – 17: Técnica recomendada para la manipulación de una llave de paso de bureta. La mayoría de los estudiantes zurdos manipularán la llave de paso con la mano derecha (A), mientras que la mayoría de los estudiantes diestros preferirán manipularla con la mano izquierda (B).**

Las pipetas se calibran ordinariamente a 20 °C. En un trabajo muy cuidadoso, se necesitarán realizar las correcciones de temperatura, si la temperatura de la solución es marcadamente diferente de la temperatura de calibración de la pipeta. Llene la pipeta colocando la punta en un matraz de la solución y utilice una bombilla de succión para extraer el líquido por encima de la marca de calibración (**Figura 1-18**). Luego deslice la bombilla y, con el dedo índice, selle rápidamente la parte superior de la pipeta antes de que la solución caiga por debajo de la marca de calibración. Limpie la parte exterior de la pipeta con un pañuelo de papel o una toalla limpia, y luego permita que el líquido fluya hasta que la parte inferior del menisco esté justo en el anillo de calibración; para quitar la última gota que se adhiere a la parte exterior de la punta, toque la punta del lado del matraz. Luego retire la pipeta del matraz y sosténgala sobre el recipiente en el que se va a transferir el líquido. Deje que la pipeta drene en una posición vertical, con la punta contra el costado del recipiente. Deje unos 15 a 20 s para el drenaje después de que parezca que la mayor parte del líquido se ha drenado. La punta de la pipeta aún contiene algo de líquido. En general, esto se ha tenido en cuenta en la calibración y no debe olvidarse (Ciertos tipos de pipetas se calibran para que puedan soplarse; la mayoría tendrá un anillo arenado en la parte superior de la pipeta). Al igual que la bureta, la pipeta debe estar escrupulosamente limpia para obtener resultados precisos. Si la pipeta todavía está húmeda por la limpieza, enjuague con varias partes de la solución que se va a pipetear.-

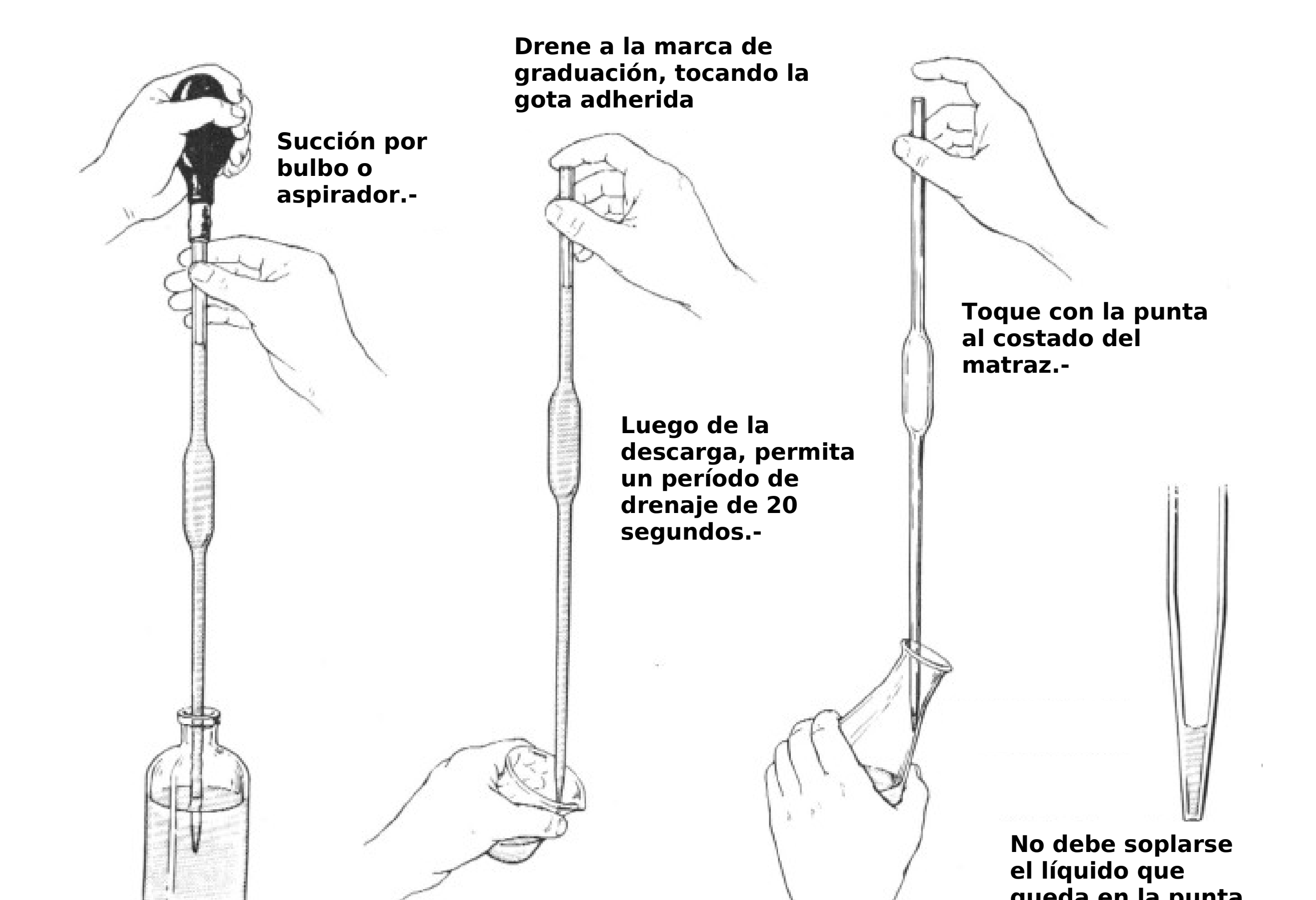


FIGURA 1 – 18: Procedimiento para utilizar una pipeta de transferencia.-

pipeta fue calibrada para que permanezca esta cantidad.



**Buretas para Valoración a Escala Reducida (Microburetas)**.-

Existen muchos beneficios en la experimentación a escala reducida. El término genérico "**microescala**" se ha convertido en el término establecido para la experimentación a escala reducida en los laboratorios de pregrado. Trataremos de ajustarnos a este uso, aunque sería más apropiado llamar a estas técnicas, como técnicas de "**miliescala**", debido a que los tamaños de muestras suelen ser mayores a 100 mg, y los volúmenes de valoración están en el rango de los mililitros.-

En general, preferimos una reducción de 10 a 25 veces en los volúmenes de valoración a macroescala, utilizando buretas de 1 ml en lugar de buretas de 25 o 50 ml. Por lo general, los procedimientos de valoración a **microescala** de las prácticas están escalados para requerir alrededor de 0,8 ml de compuesto (sin embargo, continuamos brindando instrucciones para la valoración tradicional a macroescala utilizando buretas de 25 o 50 ml). Cuando se utilizan buretas de 1 ml, los estudiantes podrán poner en un tubo de ensayo de 13 x 100 mm suficiente reactivo para tres o cuatro titulaciones. Esto reduce notablemente el consumo, los derrames accidentales y el desperdicio de reactivo.-

Hemos utilizado tres dispositivos diferentes para valoración a **microescala**, que se ilustran en la **Figura 1-19**. Todos dan resultados satisfactorios cuando se usan correctamente. La bureta convencional de 50 ml es más frágil y cuesta entre 300 y 1000 veces más que los dispositivos descritos aquí. Aunque los dispositivos se pueden reutilizar y durarán un semestre, son lo suficientemente económicos como para considerarse desechables.-

La primera **microbureta**, que se muestra en la **Figura 1-19a**, utiliza una pipeta serológica desechable de vidrio Pyrex de 1 x 1/100 ml (se puede sustituir por una **pipeta de poliestireno**, aunque se sacrifica algo en la resistencia química y en la facilidad de lectura)[1]. En la parte inferior de la pipeta serológica se agrega una punta fina, cortada de una **pipeta de**

**transferencia de polietileno**, que se muestra en la **Figura 1-19c**. La adición de la punta fina permite una resolución de volumen de 0,02 ml (1 gota).-

En la parte superior, para controlar el flujo, hay un tubo de **caucho de silicona** de 2 cm de largo y un espesor de 1/8” de diámetro interno y un espesor de pared de 1/32”, que contiene una bola de vidrio de **cal sodada** de 4 mm. La bola está ubicada cerca de la parte superior de la pipeta serológica para brindar el máximo control de administración al minimizar el espacio entre la perla o bola y la parte superior de la pipeta. De lo contrario, existe la tendencia a pellizcar el tupo por debajo de la bola; esto provoca un efecto rebote que puede aspirar aire hacia la punta cuando se relaja la presión sobre el tubo de silicona. Se prefiere los tubos de **goma de silicona** a los de **cloruro de polivinilo** (**Tygon**) porque la goma de silicona es más flexible y permite un control más fácil del flujo.-

El segundo dispositivo es una jeringa de **tuberculina de polipropileno** de 1 x 0.01 ml, que se muestra en la **Figura 1-19b**[2]. Una punta fina, cortada de una **pipeta de transferencia de polietileno**, se ajusta perfectamente a la punta Luer de la jeringa, y permite una resolución de volumen de 0.02 ml (1 gota).-

El dispositivo más simple y menos costoso es una **pipeta de transferencia de polietileno** de punta fina[3], que produce alrededor de 50 gotas por ml, mostrada en la **Figura 1-19c**. La pipeta se calibra contando el número de gotas por ml de solución administrada y luego utilizando el método del conteo de gotas para determinar el volumen de reactivo agregado (***volumen agregado = número de gotas x 1 ml / 50 gotas***).-

## Ventajas y Desventajas de los Dispositivos Microburetas Descriptos.-

Consideramos que cualquiera de los dispositivos económicos descritos anteriormente funciona satisfactoriamente. La elección de cuál es mejor, es un asunto de preferencia personal. En la Universidad de Redlands, se usa jeringa tuberculina de 1 ml.-

**Pipeta de transferencia**: la pipeta de transferencia de polietileno tiene una sencillez atractiva y es la menos costosa, pero el método de recuento de gotas, desde nuestro punto de vista, tiene algunos inconvenientes. Es relativamente fácil distraerse y perder la

[1] **Pipeta serológica desecha de Pyrex de 1 x 1/100 ml.-**
[2] **Jeringa con punta Luer de 1 x 0.01 ml.-**
[3] **Pipeta de transferencia de polietileno de punta fina, 50 gotas/ml.-**

**4 cm de largo**
**1/8” interna x 1/32” de pared**
**Tubo de goma de silicona**
**Bola de vidrio de 4mm**
**Pipeta serológica de**

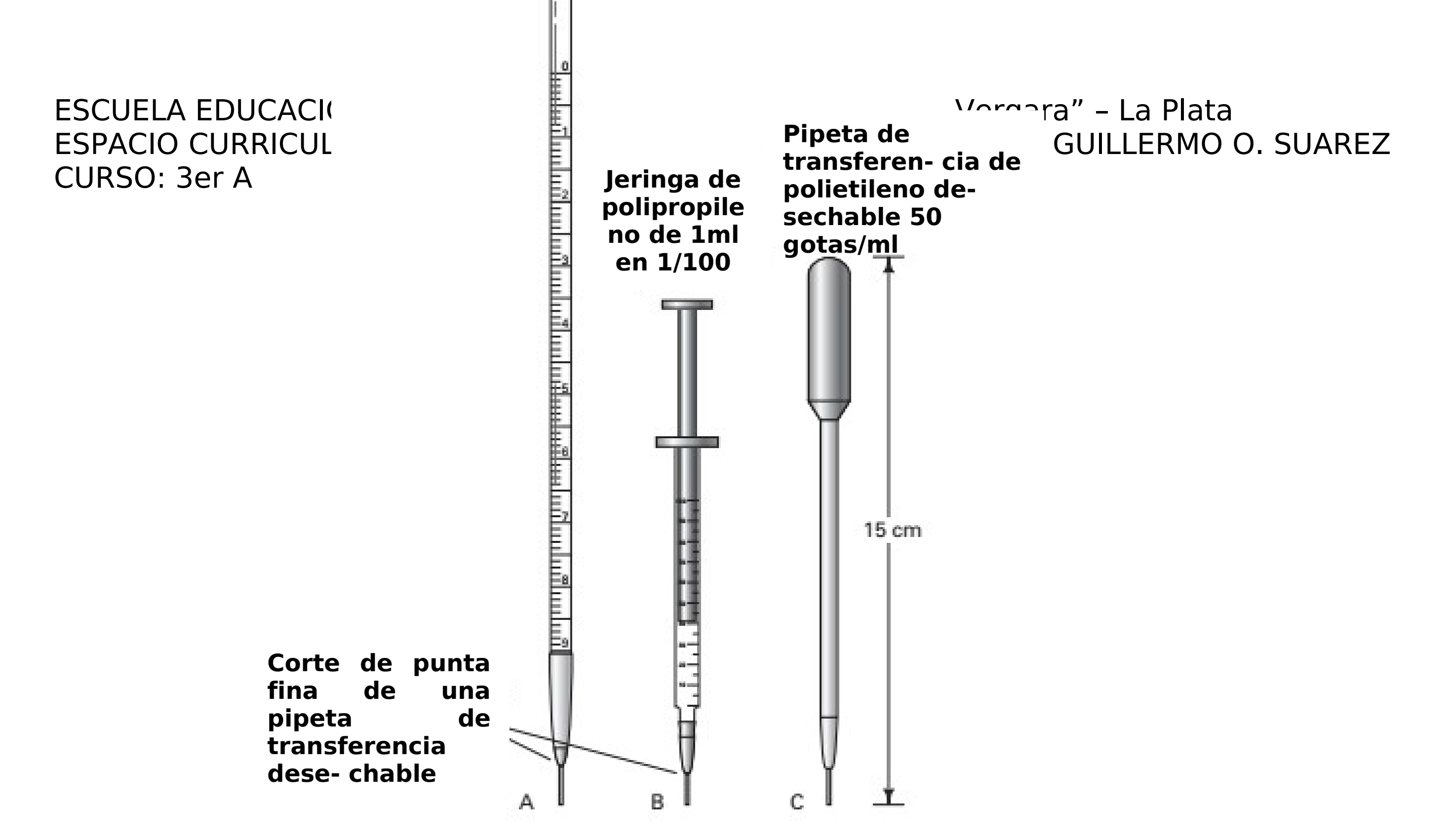



**Figura 1-19: Tres dispositivos que pueden utilizarse como microburetas simples y económicas.-**

cuenta. Es difícil interrumpir y luego reanudar la adición de reactivo, particularmente, cuando se introduce aire en el tubo de la pipeta después que la presión en el bulbo se relaja temporalmente. Algunos a los que les gusta este tipo de bureta la han mejorado al construir algún dispositivo (que funciona como una abrazadera de tornillo para tubería) para reemplazar la presión de los dedos. Esto le permite interrumpir la titulación sin que entre aire en el tubo de la pipeta.-

La pipeta de transferencia es muy adecuada para valoraciones por peso. Uno simplemente pesa la pipeta de transferencia, con el bulbo hacia abajo, en un pequeño vaso de precipitado antes y después de la titulación. La cantidad de reactivo entregado se puede determinar mediante la simple relación ***mmol de valorante = gramos de solución valorante x mol de reactivo / Kg de solución***. Este enfoque requiere que las soluciones se formen por masa y no

por volumen, lo cual es un procedimiento simple. La unidad de concentración ***mol/Kg*** de solución también tiene la ventaja de no variar con la temperatura. La concentración en ***mol/Kg*** de solución es esencialmente igual a la concentración molar para soluciones acuosas diluidas, cuya densidad está cercana a ***1,0 g/ml***.-

**Jeringa de tuberculina**. Por lo general, preferimos las versiones de la bureta con jeringa de tuberculina o pipeta serológica. La jeringa es robusta y compacta. Se puede colocar sobre la mesa de trabajo. Con un poco de práctica, se puede operar con una sola mano, presionando el pulgar sobre el émbolo y aplicando presión sobre el eje del émbolo sostenido entre los dos primeros dedos y la palma de la mano. Esta técnica evita la fricción "oscilación de relajación" (stick-slip) que puede provocar la adición inadvertida de más reactivo del previsto (observe la **Figura 1-20**). Es fácil interrumpir la titulación y no perder de vista el volumen agregado. La jeringa también se puede utilizar para agitar la solución.-

El llenado de la jeringa y la expulsión de las burbujas de aire, deben realizarse con cuidado. El reactivo puede gotear sobre el exterior de la jeringa y llegar a los dedos, o, peor aún, salir a chorros por el extremo mientras los estudiantes trabajan para expulsar las burbujas. Los estudiantes con problemas de visión pueden encontrar las graduaciones demasiado juntas para leer fácilmente la escala de volumen impresa en el costado de la jeringa. Los instructores también pueden estar preocupados por el posible robo de jeringas y la posibilidad de que se utilicen en forma ilícita.-

**Pipeta serológica**. El uso de una pipeta serológica para hacer una bureta, contrarresta algunas de las desventajas de la jeringa. Se llena fácilmente, utilizando como relleno de pipetas una jeringa de plástico desechable de 3 o 5 ml con una punta Luer que se puede insertar en el tubo en la parte superior de la bureta. Las graduaciones están tres veces más separadas, por lo que son más fáciles de leer que las de la jeringa. La pipeta serológica, al igual que la versión de jeringa, se puede operar con una mano y también se puede usar para agitar la solución. Aunque preferimos el vidrio, por su resistencia química y la claridad y durabilidad de sus marcas de volumen, las pipetas serológicas de poliestireno también están disponibles y tienen la ventaja de que no se romperán si se caen. Las pipetas serológicas generalmente vienen con un tapón de algodón. Este tapón debe quitarse para eliminar la posibilidad de contaminación cruzada cuando se colocan diferentes soluciones en la bureta, ya que es casi inevitable que el tapón de algodón se moje con la solución valorante.-

**Precisión en la Titulación a Microescala**.-

Cuando el punto final de una titulación se aproxima gota a gota con la punta de la bureta sin sumergirla en la solución de muestra, la incertidumbre

mínima para ubicar el punto final, está determinada por la resolución del volumen de la bureta, $\Delta V$, el incremento de volumen más pequeño de la solución de muestra valorante que puede administrarse de manera controlada y reproducible (aproximadamente el volumen de una gota).-



**Figura 1-20. Utilización de una jeringa de 1 ml como microbureta. El dedo pulgar aplica presión al émbolo, mientras que los dos primeros dedos sujetan ligeramente al émbolo y los dos últimos sujetan al cilindro de la jeringa. La mano izquierda hace girar la solución en el matraz.-**